

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

---

2/9/1 DIALOG(R)File 351:Derwent WPI (c) 2002 Thomson Derwent. All rts. reserv.

008931532

WPI Acc No: 1992-058801/199208

Related WPI Acc No: 1991-045993; 1991-356125

XRAM Acc No: C92-026487

**Physiologically degradable mineral fibres - useful for  
thermal and acoustic insulation products**

Patent Assignee: ISOVER SAINT-GOBAIN (COMP )

Inventor: DEMERINGO A; FURTAK H; HOLSTEIN W; THELOHAN S

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
FR 2662687	A	19911206	FR 906840	A	19900601	199208 B

Priority Applications (No Type Date): FR 906840 A 19900601

Abstract (Basic): FR 2662687 A

Mineral fibres, which decompose in the presence of a physiological medium, have the compsn. (by wt.) 37-55% SiO<sub>2</sub>, 7.5-15% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 7-40% CaO, 4-12% MgO, 0.5-7% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 1-20% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (expressed as total Fe), less than 10% total of Na<sub>2</sub>O+K<sub>2</sub>O+TiO<sub>2</sub>, and less than 2% impurities.

A thermal and/or acoustic insulation product consists at least partially of mineral fibres, at least some of which have the specified compsn.

USE/ADVANTAGE - The fibres are useful for thermal and acoustic insulation of buildings. They degrade rapidly in contact with a physiological medium and can be produced by conventional centrifugal processes. (10pp Dwg.No.0/0

Title Terms: PHYSIOLOGICAL; DEGRADE; MINERAL; FIBRE; USEFUL; THERMAL;

ACOUSTIC; INSULATE; PRODUCT

Derwent Class: F01; L01

International Patent Class (Additional): C03B-037/01; C03C-003/07

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): F01-D09; F04-E06; L02-D11; L02-D15D

Derwent Registry Numbers: 1503-U; 1508-U; 1510-U; 1517-U; 1523-U; 1544-U;  
1694-U; 1966-U

Derwent WPI (Dialog® File 351): (c) 2002 Thomson Derwent. All rights reserved.

---

© 2002 The Dialog Corporation

⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

⑪ N° de publication : 2 662 687  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)  
⑫ N° d'enregistrement national : 90 06840  
⑬ Int Cl<sup>s</sup> : C 03 B 37/01; C 03 C 3/078, 3/087

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑫ Date de dépôt : 01.06.90.

⑬ Priorité :

⑭ Date de la mise à disposition du public de la  
demande : 06.12.91 Bulletin 91/49.

⑮ Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche : Se reporter à la fin du présent fascicule.

⑯ Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑰ Demandeur(s) : ISOVER SAINT-GOBAIN Société  
Anonyme — FR.

⑱ Inventeur(s) : Thelohan Sylvie, De Meringo Alain,  
Furtak Hans et Holstein Wolfgang.

⑲ Titulaire(s) :

⑳ Mandataire : Breton Jean-Claude.

THE BRITISH LIBRARY  
10 FEB 1992  
SCIENCE REFERENCE AND  
INFORMATION SERVICE

⑤④ Fibres minérales susceptibles de se décomposer en milieu physiologique.

⑤⑤ La présente invention concerne des compositions de  
fibres minérales susceptibles de se dégrader au contact  
d'un milieu physiologique.

Des compositions avantageuses comprennent les consti-  
tuants suivants, selon des proportions pondérales définies  
ci-après :

SiO<sub>2</sub> 37 à 55 %

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 7,5 à 15 %

CaO 7 à 40 %

MgO 4 à 12 %

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 0,5 à 7 %

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1 à 20 % (fer total exprimé sous cette forme)

ainsi que les oxydes Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, TiO<sub>2</sub>, la somme de ces  
derniers demeurant inférieure à 10 %.

FR 2 662 687 - A1



## FIBRES MINÉRALES SUSCEPTIBLES DE SE DECOMPOSER

5

## EN MILIEU PHYSIOLOGIQUE

10

La présente invention concerne le domaine des fibres minérales ; elle vise plus précisément des fibres minérales  
15 dont la composition est telle qu'elles se dégradent dès qu'elles sont en contact d'un milieu physiologique.

L'isolation thermique et acoustique des bâtiments est souvent réalisée à partir de produits constitués pour l'essentiel de laine minérale, telle que la laine de roche.  
20 La configuration particulière des lieux à isoler conduit souvent les personnes chargées de la pose de ces produits à les découper sur place. Cette opération provoque la rupture des fibres et, éventuellement, la dispersion de certaines d'entre elles dans l'atmosphère. Il s'ensuit que, parfois,  
25 une fibre peut être inhalée accidentellement.

Bien que la nocivité des fibres inhalées n'ait pas été démontrée, le besoin se fait sentir de rassurer les utilisateurs en leur proposant un produit dont l'innocuité est réelle.

30 Le but de la présente invention est de proposer des fibres minérales dont la composition est telle qu'elles se dégradent rapidement en contact d'un milieu physiologique.

La présente invention a notamment pour objet des fibres susceptibles d'être obtenues par les techniques traditionnelles de centrifugation externe.  
35

Ces techniques sont utilisées pour fibrer des verres obtenus par fusion de matières premières telles que des basaltes ou des laitiers de haut fourneau. Certaines de ces techniques, dites encore de centrifugation libre,

- 2 -

consistent à déverser un filet de verre fondu sur la bande périphérique d'une roue de centrifugation, tournant à grande vitesse autour d'un axe perpendiculaire à la direction du filet de verre. Sous l'effet de la force centrifuge, une partie du verre est transformée en fibres, le reste étant renvoyé vers une autre roue où le même phénomène se produit ; trois ou quatre roues peuvent être ainsi interposées sur le trajet du verre fondu.

Les buts de l'invention sont atteints en modifiant des compositions verrières connues utilisées dans les techniques de centrifugation libre. A partir de telles compositions, comprenant pour l'essentiel de la silice, de l'alumine, des oxydes alcalino-terreux, les inventeurs ont découvert que l'addition de pentoxyde de phosphore permet d'obtenir des verres qui, sous forme de fibres, se dégradent rapidement en milieu physiologique.

Les verres selon l'invention possèdent par ailleurs des propriétés qui, pour les principales d'entre elles, sont proches de celles des verres connus. C'est ainsi qu'ils peuvent être transformés en fibres en utilisant les roues de centrifugation classiques.

Les fibres minérales selon l'invention présentent une composition qui renferme les constituants ci-après, dans les proportions pondérales définies par les limites suivantes :

	$\text{SiO}_2$	37	à 55 %
	$\text{Al}_2\text{O}_3$	7,5	à 15 %
	$\text{CaO}$	7	à 40 %
	$\text{MgO}$	4	à 12 %
30	$\text{P}_2\text{O}_5$	0,5	à 7 %
	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	1	à 20 %

ainsi que les oxydes  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{TiO}_2$  dont la somme demeure inférieure à environ 10 %. La totalité du fer contenu dans la composition selon l'invention est exprimée sous forme d'oxyde ferrique.

Les compositions ainsi définies peuvent être élaborées à partir de constituants purs, mais sont généralement obtenues par fusion d'un mélange de matières premières vitrifiables apportant différentes impuretés. La teneur

totale de ces impuretés demeure inférieure à environ 2 % en poids.

Pour pouvoir être utilisées dans les techniques de centrifugation externe, les compositions selon l'invention présentent avantageusement une viscosité adéquate à une température relativement basse. Ceci dépend en grande partie de la somme totale des oxydes  $\text{SiO}_2$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Dans le cadre de l'invention, la somme de ces oxydes est généralement supérieure à 50 % en poids.

D'autre part, la production des fibres est conditionnée par la plus ou moins grande aptitude du verre à développer des cristaux dans sa masse. Ce phénomène, dit de dévitrification, est caractérisé par plusieurs températures : celle à laquelle la vitesse de croissance des cristaux est maximale et celle à laquelle cette vitesse de croissance devient nulle (liquidus).

Pour une large part, ce phénomène est plus ou moins accentué en fonction de la somme totale des oxydes alcalino-terreux. Dans le cadre de l'invention, cette somme demeure inférieure à environ 40 % en poids.

Le domaine des compositions préférées selon l'invention est délimitée par les proportions pondérales suivantes:

$\text{SiO}_2$	44	à 50	%
$\text{Al}_2\text{O}_3$	7,5	à 10	%
$\text{CaO}$	9	à 30	%
$\text{MgO}$	7	à 10	%
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	2	à 13	%
$\text{P}_2\text{O}_5$	2,5	à 7	%
$\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$	2	à 5	%
$\text{TiO}_2$	0,5	à 3	%
impuretés	<	2	%

Les avantages de l'invention sont mis en évidence dans la description ci-après, illustrée de quelques exemples non limitatifs.

Les mesures de dégradabilité en milieu physiologique ont été effectuées sur des fibres dont le diamètre est constant et égal à environ 10 micromètres.

Ces fibres sont plongées dans une solution qui simule

- 4 -

un milieu physiologique et dont la composition chimique est la suivante (exprimée en g/l) :

	NaCl	6,78
	NH <sub>4</sub> Cl	0,535
5	NaHCO <sub>3</sub>	2,268
	NaH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> O	0,166
	(Na <sub>3</sub> citrate) 2H <sub>2</sub> O	0,059
	Glycine	0,450
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,049
10	CaCl <sub>2</sub>	0,022

L'essai de dégradabilité par cette solution est conduit dans les conditions suivantes : on plonge 30 milligrammes de fibres dans 250 millilitres de solution maintenue en milieu fermé, à la température de 37°C pendant 15 30 jours. A l'issue de cette période on mesure la concentration de la silice dissoute dans la solution ; cette concentration est exprimée en milligrammes par litre.

Les compositions testées et les résultats obtenus sont exposés dans les tableaux n° 1 et 2 en annexe.

20 Dans le tableau 1 figurent quatre compositions illustrant l'invention (verres n° 2, 3, 4 et 6) et deux compositions connues servant de référence (verre n° 1 et 5).

La présence de pentoxyde de phosphore, dans les compositions selon l'invention, a toujours pour conséquence 25 une augmentation de la concentration de la silice présente dans la solution d'attaque des fibres obtenues à partir desdites compositions, comparativement aux fibres dont la composition ne renferme pas de phosphore.

Le tableau 2 rassemble quelques résultats expérimentaux 30 taux à l'appui de cette affirmation.

Ainsi, la comparaison entre les verres n° 1 et 2 montre que l'introduction de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dans une composition connue a pour effet d'augmenter de façon remarquable la concentration de silice dissoute dans la solution d'attaque.

35 La comparaison entre les verres n° 1 et 3 d'une part, les verres n° 5 et 6 de l'autre, montre par ailleurs que la substitution de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> à une partie de l'un des constituants des compositions de référence, en l'occurrence Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, a pour effet d'augmenter encore davantage la concentration de la

- 5 -

silice dissoute. Le fait que cette concentration soit multipliée par 5 à 10 fois pour les fibres illustrant l'invention est très révélatrice de la vitesse de décomposition des fibres testées.

5 Le phosphore est apporté dans le mélange vitrifiable sous forme, par exemple, de phosphate disodique ou de phosphate de calcium. Lorsque la quantité de phosphate introduite dans le mélange vitrifiable est relativement importante, sa fusion peut être parfois difficile. C'est la  
10 raison pour laquelle la teneur en pentoxyde de phosphore, dans les compositions demeure égale ou inférieure à environ 7 % en poids.

Les compositions selon l'invention, qui présentent à la fois des caractéristiques de viscosité et de dévitrification appropriées au procédé de fibrage par centrifugation externe, et, à l'état de fibres, une grande vitesse de décomposition en milieu physiologique, comprennent environ moins de 7 % en poids d'oxydes alcalins, la somme des oxydes  $Al_2O_3$ ,  $Fe_2O_3$  et  $TiO_2$  demeurant supérieure à environ  
20 10 % en poids.

Les verres selon l'invention peuvent être transformés en fibres à partir de dispositifs de centrifugation externe connus, comme ceux décrits par exemple dans les brevets US-A-2.663.051, EP-A-0.167.508 ou FR-A-2.609.708.

25 Les fibres ainsi obtenues permettent d'obtenir des produits fibreux d'excellente qualité aptes à de nombreuses applications. Ainsi, par exemple, les fibres selon l'invention sont avantageusement utilisées sous la forme de panneaux géométriquement bien définis, rigidifiés par un  
30 liant polymérisé, ou sous la forme de produits tubulaires destinés à isoler les canalisations. Les fibres selon l'invention peuvent être utilisées également sous forme de matelas cousus sur du carton ou du grillage métallique, sous forme de bourrelet, ou même en vrac par remplissage.



- 6 -

TABLEAU N° 1

Compositions en pourcentages pondéraux

	: Constituants	: Verre:	Verre:	Verre:	Verre:	Verre:	Verre:
5	:	: n°1	: n°2	: n°3	: n°4	: n°5	: n°6
	:	SiO <sub>2</sub>	: 47,1:	44,4:	46,5:	49,8:	46,2: 45,7:
	:	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	: 12,9:	11,0:	12,7:	6,0:	1,9: 2,1:
10	:	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	: 13,8:	12,6:	8,0:	7,5:	11,6: 7,6:
	:	CaO	: 10,3:	9,6:	10,6:	18,1:	29,1: 29,4:
15	:	MgO	: 9,1:	7,5:	8,9:	9,8:	7,2: 7,4:
	:	TiO <sub>2</sub>	: 2,5:	2,4:	2,3:	0,8:	0,7: 0,6:
	:	Na <sub>2</sub> O	: 2,7:	5,0:	3,1:	1,5:	1,5: 1,4:
20	:	K <sub>2</sub> O	: 1,2:	1,8:	1,1:	1,2:	1,2: 1,3:
	:	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	: -	: 5,4:	6,5:	4,9:	- : 4,0:
25	:	impuretés	: 0,4:	0,2:	0,3:	0,4:	0,6: 0,5:

TABLEAU N° 2

Résistance chimique en milieu physiologique

Concentration de SiO<sub>2</sub> dissoute (en mg/l)

30	: temps	: Verre	: Verre	: Verre	: Verre	: Verre	: Verre:
	: d'attaque:	n°1	: n°2	: n°3	: n°4	: n°5	: n°6
35	: 30 jours	: 0,7	: 3,5	: 6,2	: 12,1	: 1,3	: 14,9:

- 7 -

REVENDECATIONS

1. Fibre minérale susceptible de se décomposer en présence d'un milieu physiologique, caractérisée en ce qu'elle comprend, outre des impuretés dont la teneur globale en poids demeure inférieure à environ 2 %, les constituants ci-après selon les proportions pondérales suivantes :

	SiO <sub>2</sub>	37	à 55 %
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7,5	à 15 %
10	CaO	7	à 40 %
	MgO	4	à 12 %
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,5	à 7 %
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1	à 20 % (fer total exprimé sous cette forme).

- 15 ainsi que les oxydes Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, TiO<sub>2</sub>, la somme de ces derniers demeurant inférieure à 10 %.

2. Fibre minérale selon la revendication 1, caractérisée en ce que la somme de SiO<sub>2</sub> + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> est supérieure à environ 50 %.

- 20 3. Fibre minérale selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que la somme de CaO + MgO demeure inférieure à environ 40 %.

4. Fibre minérale selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que la somme des oxydes alcalins demeure inférieure à environ 7 %.

5. Fibre minérale selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que la somme de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + TiO<sub>2</sub> demeure supérieure à environ 10 %.

- 30 6. Fibre minérale selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comprend :

	SiO <sub>2</sub>	44	à 50 %
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7,5	à 10 %
	CaO	9	à 30 %
	MgO	7	à 10 %
35	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	à 13 %
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	2,5	à 7 %
	Na <sub>2</sub> O+K <sub>2</sub> O	2	à 5 %
	TiO <sub>2</sub>	0,5	à 3 %

7. Produit destiné à l'isolation thermique et/ou

- 8 -

acoustique et constitué au moins en partie de fibres minérales, caractérisé en ce qu'au moins une partie desdites fibres présentent une composition chimique telle que définie par l'une quelconque des revendications précédentes.

5

10

15

20

25

30

35

REPUBLIQUE FRANÇAISE

2662687

N° d'enregistrement  
national

INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE  
établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

FR 9006840  
FA 444152

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X	DATABASE WPIL, No. C83-056640, Derwent Publications Ltd., London GB & SU-A-947112 (HEAT INSUL ACOUSTIC) 30.07.1982 * abrégé *	1-5, 7
A	—	6
X	US-A-4149866 (H.F. AUSTIN ET AL) * exemple 3; revendication 1 *	1-5, 7
A	—	6
X	AMERICAN CERAMIC SOCIETY BULLETIN. vol. 55, no. 6, 1976, COLUMBUS US pages 579 - 582; G.H. BEALL ET AL: "Basalt Glass Ceramics." * page 579, colonne de droite, alinéa 1-3 * * tableau 1, colonne 6 ; page 581-582 *	1-5
A	—	6-7
A	DATABASE WPIL, No. C86-108388 Derwent Publications Ltd., London GB & SU-A-1211233 (KAMEN SILIKAT COMBI) 15.02.1986 * abrégé *	1-6
D,A	US-A-2663051 (B.A. GRAYBEAL) * le document en entier *	1-7
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
		C03C
Date d'achèvement de la recherche 15 FEVRIER 1991		Examineur KUEHNE H. C.
<p><b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b></p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intermédiaire</p> <p>F : théorie ou principe à la base de l'invention I : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>		